

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-201401

(P2003-201401A)

(43)公開日 平成15年7月18日(2003.7.18)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード*(参考)
C 0 8 L 83/16		C 0 8 L 83/16	3 H 1 1 1
C 0 8 G 65/321		C 0 8 J 5/00	C E Z 3 J 0 4 0
C 0 8 J 5/00	C E Z	C 0 8 K 3/00	4 F 0 7 1
C 0 8 K 3/00		5/14	4 J 0 0 2
5/14		F 1 6 J 15/10	C 4 J 0 0 5
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2002-1257(P2002-1257)

(22)出願日 平成14年1月8日(2002.1.8)

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 松田 高至

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内

(74)代理人 100079304

弁理士 小島 隆司 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 フッ素ゴム組成物及びその硬化物を含む物品

(57)【要約】

【解決手段】 (A) 25℃における粘度が1,000 Pa・s以上である下記一般式(1)で表される高分子



(但し、nは1以上の整数、Rfは二価のパーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基、Qは二価の有機基、Zは一価の有機基を示す。)

(B) 補強性フィラー

1~100重量部、

(C) パーオキサイド架橋剤  
硬化有効量

化合物

100重量部、

【化1】

(1)

を含有してなることを特徴とする架橋性フッ素ゴム組成物。

【効果】 本発明の組成物は、ロール作業性が向上し、また練り後の粘度変化も少ないことから、成型品を量産するには効率がよく、複雑な形状の成型品も安定に製造でき、量産性に優れるため工業的な利用価値が大きい。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 25℃における粘度が1,000Pa・s以上である  
下記一般式(1)で表される高分子化合物 100重量部、

## 【化1】



(但し、nは1以上の整数、Rfは二価のパーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基、Q

は二価の有機基、Zは一価の有機基を示す。)

(B) 補強性フィラー

1~100重量部、

(C) パーオキサイド架橋剤

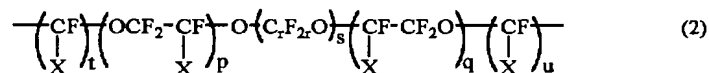
硬化有効量

を含有してなることを特徴とする架橋性フッ素ゴム組成物。

キレン基又は下記式(2)、(3)、(4)で示される基から選ばれる二価のパーフルオロオキシアルキレン基であり、

【請求項2】 式(1)において、Rfが、 $C_mF_{2m}$  ( $m=2\sim15$ )で示される二価のパーフルオロアル

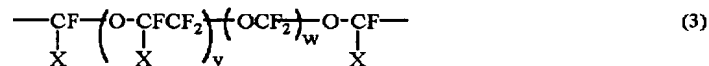
## 【化2】



(Xはそれぞれ独立にF又は $\text{CF}_3$ 基、rは2~6の整数、t、uはそれぞれ1又は2、p、qはそれぞれ0~200の整数、sは0~6の整数であるが、p、q、s

が同時に0とはならない。)

## 【化3】



(Xは前記と同じ、v、wはそれぞれ1~50の整数。)

## 【化4】

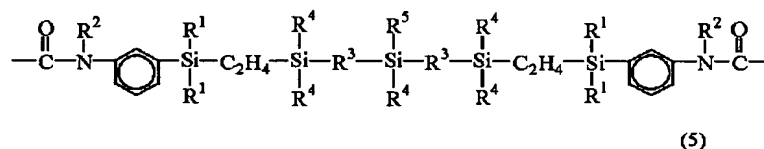


(yは1~100の整数。)

あり、

式(1)において、Qが、下記式(5)で表される基で

## 【化5】



(但し、

$\text{R}^1$ は炭素数1~10のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基及びこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基から選ばれる一価炭化水素基、

$\text{R}^2$ は水素原子又は $\text{R}^1$ と同様の一価炭化水素基、

$\text{R}^3$ は酸素原子又は炭素原子数1~8のアルキレン基、シクロアルキレン基、アリーレン基、これらの基の水素原子の一部をハロゲン原子で置換した基、及び上記アルキレン基とアリーレン基とを組み合わせた基から選ばれる二価炭化水素基、

$\text{R}^4$ は $\text{R}^1$ と同様の一価炭化水素基、

$\text{R}^5$ は $\text{R}^1$ と同様の一価炭化水素基、又は炭素原子数2~20の脂肪族不飽和結合を含有する一価炭化水素基、及びこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基から選ばれる一価炭化水素基を示す。)

式(1)において、Zは酸素、窒素、硫黄、ケイ素から

選ばれる原子を結合途中に有していてもよい炭素原子数1~30の一価の有機基である請求項1記載の組成物。

【請求項3】 前記(B)成分の補強性フィラーが、カーボンブラック、ヒュームドシリカ又は分子中にケイ素を含む表面処理剤で処理されたヒュームドシリカである請求項1又は2記載の組成物。

【請求項4】 請求項1、2又は3記載の組成物を硬化してなるフッ素ゴム硬化物を部分構造又は全体構造として有する物品。

【請求項5】 物品がシール材、Oリング、ダイヤフラム、ホース、又はコーティング材である請求項4記載の物品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ロール作業性に優れ、しかも耐溶剤性、耐薬品性、耐熱性、低温特性が良好な硬化物を与えるパーオキサイド架橋可能なフッ素ゴ

ム組成物及びその硬化物を含む物品に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来のフッ化ビニリデン系フッ素ゴムは、耐熱性、耐薬品性、機械的強度などに優れたエラストマーなので、自動車及び機械産業を中心に広い分野で工業的に使用されている。

【0003】しかしながら、その耐薬品性は不十分であり、ケトン系、低級アルコール系、カルボニル系、有機酸系などの極性溶剤には容易に膨潤してしまい、アミンを含む薬品には劣化してゴム強度や伸びが極端に低下してしまうという欠点を有している。また、低温特性においても、 $-20^{\circ}\text{C}$ 以下ではゴム弾性を失ってしまい、シール材として使用できなくなってしまうため、寒冷地での使用には限界があるのが一般的である。

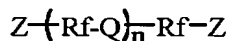
【0004】そこで、それらの欠点を改善するために、パーフルオロ化合物と含フッ素オルガノ水素ポリシロキサンとを主成分とする含フッ素硬化性組成物が提案されている。

【0005】しかしながら、これら組成物は、パーフルオロ化合物が低重合度の液状であることから液状の組成物となるため、FIPG工法やLIMS成型などには適しているものの、従来よりゴム成型で用いられている圧縮成型では作業性が劣ってしまう。

【0006】特に、成型作業性、エアーの巻き込みによる不良の多発などにより、従来のゴム用2枚金型が使用できないことが多く、専用のLIMS金型を新たに作成しなければ安定した生産は困難である。

【0007】しかし、LIMS金型は、一般的に従来のゴム用2枚金型に比べて高価であり、LIMS成型機への取り付けに手間取ったり、金型取り付け後の機械の調整に時間がかかるなどの問題点があり、多品種少量生産には不向きである。

【0008】このような背景から、本発明者らは、ゴム用ロール作業が可能で圧縮成型用ゴム金型による成型が



(但し、 $n$ は1以上の整数、 $\text{Rf}$ は二価のパーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基、 $\text{Q}$ は二価の有機基、 $\text{Z}$ は一価の有機基を示す。)

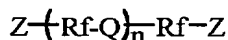
【0015】即ち、本発明は、

(A) 成分：100部(重量部、以下同じ)

(B) 成分：1～100部

(C) 成分：硬化有効量

を含有してなる架橋性フッ素ゴム組成物及びこの組成物を硬化してなるフッ素ゴム硬化物を部分構造又は全体構



(但し、 $n$ は1以上の整数、 $\text{Rf}$ は二価のパーフルオロアルキレン基又はパーフルオロオキシアルキレン基、 $\text{Q}$

可能なタイプのゴム組成物(以下、ミラブルタイプ組成物)をパーフルオロ化合物、含フッ素オルガノヒドロポリシロキサン、フィラー、表面処理剤を主成分とする含フッ素硬化性組成物により製造する方法を提案した(特開2000-007835号公報)。

【0009】上記提案では、小スケールでのロール作業性には問題がないが、5kg以上の量産スケールではロール混練り作業時の発熱によりゴム組成物温度が上昇し、ロール面への粘着が強くなり、ロール作業性が低下したり、ロール作業後に長期放置したゴム組成物は、粘度が変化して流れにくくなる場合がある。

【0010】そこで、本発明者らは、更に検討を行い、特定の表面処理剤を使用することによって、量産時のロール作業性を改良できることを見出し、提案した(特開2001-106893号公報)。

【0011】しかしながら、特殊な表面処理剤を使用せずに、更にロール作業性を改善することが求められていた。

【0012】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、パーオキサイド架橋可能で、ロール作業性に優れ、耐溶剤性、耐薬品性、耐熱性、低温特性に優れた硬化物を与えるミラブルタイプのフッ素ゴム組成物及びその硬化物を含む物品を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、(A)下記一般式(1)で示される構造を有し、 $25^{\circ}\text{C}$ における粘度が $1,000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上であるポリマー、(B)補強性フィラー、(C)パーオキサイド架橋剤を含有する架橋性フッ素ゴム組成物によって、ロール面に対する粘着性が低下してロール作業性が向上すると共に、良好な物性を有するゴム硬化物を与えることを知見し、本発明をなすに至った。

【0014】

【化6】

(1)

造として有する物品を提供する。

【0016】以下、本発明につき更に詳しく説明する。

(A) 成分

(A) 成分は、 $25^{\circ}\text{C}$ の粘度が $1,000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 以上、好ましくは $2,000\sim 100,000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 、更に好ましくは $2,000\sim 10,000\text{Pa}\cdot\text{s}$ の下記一般式(1)で表される高分子化合物である。

【0017】

【化7】

(1)

は二価の有機基、 $\text{Z}$ は一価の有機基を示す。)

【0018】この場合、 $n$ は上記粘度を与える数であ

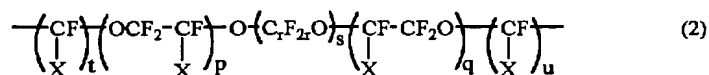
る。この場合、(A)成分は、通常生ゴム状のものが好ましく、ノナフルオロブチルメチルエーテルに10重量%の濃度で溶解させたときの溶液の動粘度が2.0mm<sup>2</sup>/s以上、より好ましくは5~50mm<sup>2</sup>/s、特に10~40mm<sup>2</sup>/sであることが好ましい。

【0019】Rfはそれぞれ独立に、C<sub>m</sub>F<sub>2m</sub> (m=2

~15)で示される二価のパーフルオロアルキレン基、又は下記式(2)、(3)、(4)で示される基から選ばれる二価のパーフルオロオキシアルキレン基であることが好ましい。

【0020】

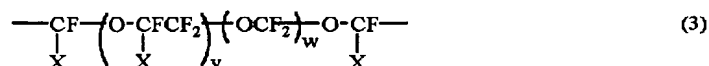
【化8】



(Xはそれぞれ独立にF又はCF<sub>3</sub>基、rは2~6の整数、t、uはそれぞれ1又は2、p、qはそれぞれ0~200の整数、sは0~6の整数であるが、p、q、s

が同時に0とはならない。)

【化9】



(Xは前記と同じ、v、wはそれぞれ1~50の整数。)

【化10】



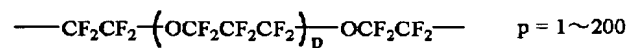
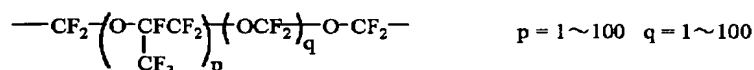
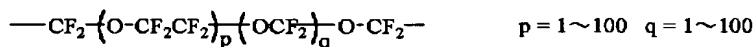
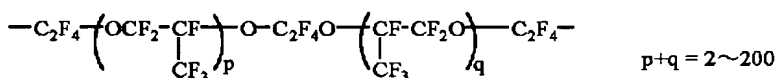
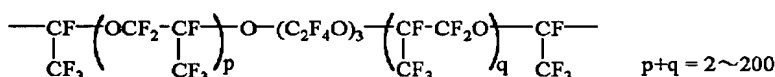
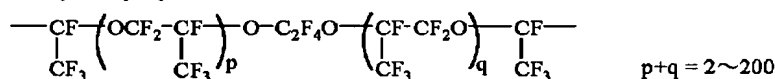
(yは1~100の整数。)

れる。

【0021】二価のパーフルオロアルキレン基は直鎖でも分岐していてもよく、例えば-C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>-, -C<sub>3</sub>F<sub>6</sub>-, -C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>-, -C<sub>6</sub>F<sub>12</sub>-, -C<sub>8</sub>F<sub>16</sub>-, -C<sub>10</sub>F<sub>20</sub>-, -C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>CF(CF<sub>3</sub>)C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>-などが例示さ

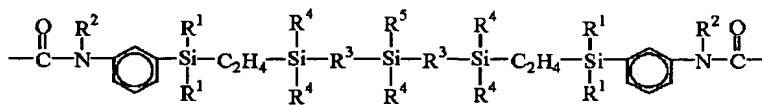
【0022】二価のパーフルオロオキシアルキレン基としては、例えば下記のもの为例示される。

【化11】



【0023】また、Qは下記式(5)で表される基であることが好ましい。

【化12】

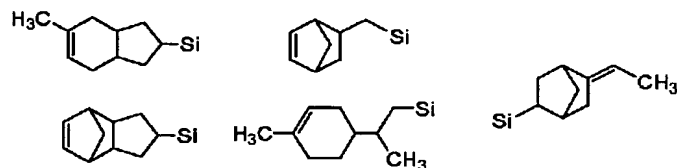


(但し、R<sup>1</sup>は炭素数1~10のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基及びこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基か

ら選ばれる一価炭化水素基、R<sup>2</sup>は水素原子又はR<sup>1</sup>と同様の一価炭化水素基、R<sup>3</sup>は酸素原子又は炭素原子数1~8のアルキレン基、シクロアルキレン基、アリーレン

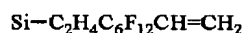
基、これらの基の水素原子の一部をハロゲン原子で置換した基、及び上記アルキレン基とアリーレン基とを組み合わせた基から選ばれる二価炭化水素基、 $R^4$ は $R^1$ と同様の一価炭化水素基、 $R^5$ は $R^1$ と同様の一価炭化水素基、又は炭素原子数2～20の脂肪族不飽和結合を含有する一価炭化水素基、及びこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基から選ばれる一価炭化水素基を示す。)

【0024】 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^4$ の例示： $R^1$ 、 $R^4$ は炭素数1～10のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基及びこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基から選ばれる一価炭化水素基であり、 $R^2$ は水素原子又は $R^1$ と同様の一価炭化水素基である。 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^4$ の一価炭化水素基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基などのアルキル



【0026】または、これらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基として、下記のものが例示される。(Siとの結合部位を示すために、化学式中にSiを記す。)

【化14】



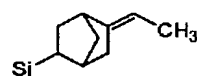
【0027】 $R^3$ の二価の有機基の例示： $R^3$ は酸素原子又は炭素原子数1～8の二価炭化水素基である。 $R^3$ の二価炭化水素基としては、例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、メチルエチレン基、ブチレン基、ヘキサメチレン基等のアルキレン基、シクロヘキシレン基等のシクロアルキレン基、フェニレン基、トリレン基、キシリレン基等のアリーレン基、これらの基の水素原子の一部をハロゲン原子で置換した基、及び上記アルキレン基とアリーレン基とを組み合わせた基から選ばれる二価炭化水素基などが挙げられる。

【0028】Zは炭素原子数1～30の一価炭化水素基等の有機基であって、酸素、窒素、硫黄、ケイ素から選ばれる原子を結合途中に有していてもよく、これらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換した基であってもよい。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、

シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基などのシクロアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基などのアリール基、ベンジル基、フェニルエチル基、フェニルプロピル基、メチルベンジル基などのアラルキル基、あるいはこれらの基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換したクロロメチル基、クロロプロピル基、ブromoエチル基、トリフルオロプロピル基などが挙げられる。

【0025】 $R^5$ の例示： $R^5$ は $R^1$ と同様の一価炭化水素基、又は炭素原子数2～20の脂肪族不飽和結合を含有する一価炭化水素基である。 $R^5$ の脂肪族不飽和結合を含有する一価炭化水素基としては、例えばビニル基、プロペニル基、イソプロペニル基、ブテニル基、イソブテニル基、ヘキセニル基、シクロヘキセニル基及び下記構造の基が例示される。(Siとの結合部位を示すために、化学式中にSiを記す。)

【化13】



tert-ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基等のシクロアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基、ベンジル基、フェニルエチル基、フェニルプロピル基等のアラルキル基あるいはこれらの基の水素原子の一部又は全部をフッ素、塩素、臭素等のハロゲン原子等で置換したクロロメチル基、ブromoエチル基、クロロプロピル基、トリフルオロプロピル基、3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシル基、これらの基の途中に、エーテル結合、アミド結合、エステル結合、ウレタン結合、スルホニルアミド結合、シロキサン結合等を含んだ基を挙げることができる。

【0029】本発明のフッ素ゴム組成物の(B)成分は補強性フィラーである。この補強性フィラーは、ロール作業性、機械的強度、熱安定性、耐候性、耐薬品性、難燃性等を向上させたり、硬化時における熱収縮の減少、硬化して得られる弾性体の熱膨張率の低下、ガス透過率を下げるなどの目的で添加されるが、主としてミラブルタイプの組成物にするため、ロール作業性と機械的強度を向上させる目的で配合される。

【0030】フィラーとしては、例えば、ヒュームドシリカ、コロイダルシリカ、珪藻土、石英粉末、ガラス繊維、カーボンブラックや、酸化鉄、酸化チタン、酸化セリウム等の金属酸化物、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等の金属炭酸塩などを挙げることができ、これらは

各種表面処理剤で処理したものであってもよい。これらの中では、機械的強度の点からヒュームドシリカ及びカーボンブラックが好ましく、特に分散性を向上させるためにシラン系等の分子中にケイ素を含む表面処理剤で処理されたヒュームドシリカが最も好ましい。

【0031】補強性フィラーの配合量は、上記ポリマー100部に対して1〜100部である。1部未満ではフィラーの補強性が低下すると共に、ロール作業性が低下し、100部を超えるとゴムの柔軟性が失われたり、ロールに巻き付かなくなるなどの不都合が生じる。

【0032】本発明の(C)成分のパーオキサイド架橋剤としては、例えば、ジベンゾイルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、ジ-*tert*-ブチルパーオキサイド、*tert*-ブチルパーオキシアセテート、*tert*-ブチルパーオキシベンゾエート、2,5-ジメチル-2,5-ビス-*tert*-ブチルパーオキシヘキサン、*tert*-ブチルパーオキシイソプロピルモノカーボネート、*tert*-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキシルモノカーボネート、1,6-ヘキサジオール-ビス-*tert*-ブチルパーオキシカーボネートなどが挙げられるが、架橋効率性、保存安定性やスコーチ防止の点から、2,5-ジメチル-2,5-ビス-*tert*-ブチルパーオキシヘキサン、*tert*-ブチルパーオキシイソプロピルモノカーボネート、*tert*-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキシルモノカーボネート、1,6-ヘキサジオール-ビス-*tert*-ブチルパーオキシカーボネートが好ましい。

【0033】上記パーオキサイド架橋剤の添加量は、(A)成分を硬化させるに十分な量であればよいが、(A)成分100部に対して0.1〜5部、特に0.5〜3部が好ましい。0.1部に満たないと架橋が不十分になったり架橋が遅くなる場合があり、5部を超えると物性に悪影響を与える場合がある。

【0034】この組成物には、その実用性を高めるために、内添離型剤、ウェッター、顔料、染料などの種々の添加剤を必要に応じて添加することができる。

【0035】本発明のフッ素ゴム組成物は、(a)(A)成分に対し、(B)成分のフィラーを添加する工程、(b)次いで(C)成分の架橋剤を添加する工程によって製造することができる。

【0036】(a)工程は、一般的なゴムの配合に用いられるゴム用ニーダー、加圧ニーダー、バンバリーミキサー、ゴム用2本ロール等を用い、フィラーを添加しながら混練すればよい。

【0037】これらの配合の際は、常温であっても何ら問題ないが、剪断熱を安定にするなどの目的によりポリマーが分解しない温度範囲で加熱してもよく、その条件は100〜300℃で10分〜8時間程度が望ましい。

【0038】(b)工程は、(C)成分の架橋剤を配合する工程であるが、装置としてはニーダー、加圧ニーダー、バンバリーミキサーなどは混合発熱により架橋が進

行するスコーチ現象の危険があり好ましくなく、分出し作業も行うことができるゴム用2本ロールが望ましく、練り作業時の発熱による架橋の進行を抑えるために冷却設備を有するものがよい。

【0039】本発明の組成物の硬化条件は、一次キュアーとして100〜200℃で1〜30分が好ましい。100℃未満では硬化時間が長くなってしまいうため、工業的生産性に劣る場合があり、200℃を超えるとスコーチ発生の危険性があるため、100〜200℃が好ましく、更には120〜170℃が好適である。その場合の硬化時間は架橋反応が完了する時間を適宜選択すればよい。また、本組成物の物性を安定化させるため、100〜230℃で1〜24時間程度の熱処理で二次キュアーをすることが好ましい。二次キュアーは100℃未満では効果が少なく、230℃を超えると熱分解するおそれがある。更に好ましくは150〜200℃で1〜20時間が好適である。

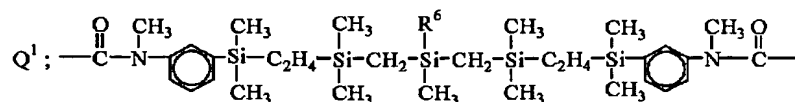
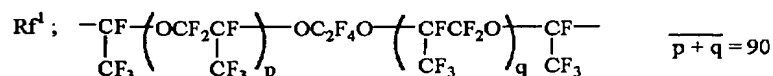
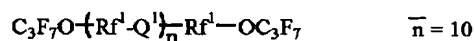
【0040】本発明の組成物は種々の用途に利用することができる。即ち、フッ素含有率が高いため、耐溶剤性、耐薬品性に優れ、また、透湿性も低く、低表面エネルギーを有するため、離型性、撥水性に優れており、耐油性を要求される自動車用ゴム部品、具体的にはフェューエル・レギュレーター用ダイヤフラム、バルブ用ダイヤフラム、オイルプレッシャースイッチ用ダイヤフラム、EGR用ダイヤフラムなどのダイヤフラム類、キャニスタ用バルブ、パワーコントロール用バルブなどのバルブ類、クイックコネクタ用Oリング、インジェクター用OリングなどのOリング類、あるいは、オイルシール、シリンダヘッド用ガスケットなどのシール材など、化学プラント用ゴム部品、具体的にはポンプ用ダイヤフラム、バルブ類、Oリング類、ホース類、パッキン類、オイルシール、ガスケットなどのシール材など、インクジェットプリンタ用ゴム部品、半導体製造ライン用ゴム部品、具体的には薬品が接触する機器用のダイヤフラム、弁、Oリング、パッキン、ガスケットなどのシール材など、低摩擦耐磨耗性を要求されるバルブなど、分析、理化学機器用ゴム部品、具体的にはポンプ用ダイヤフラム、弁、シール部品(Oリング、パッキンなど)、医療機器用ゴム部品、具体的にはポンプ、バルブ、ジョイントなど、また、テント膜材料、シーラント、成型部品、押し出し部品、被覆材、複写機ロール材料、電気用防湿コーティング材、センサー用ポッティング材、燃料電池用シール材、積層ゴム布などに有用である。

【0041】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、下記の例で部は重量部を示す。また、下記例で使用した物質は下記の通りである。

【0042】

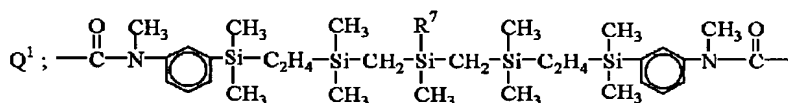
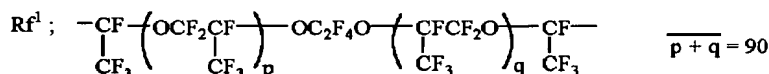
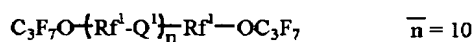
## 【化15】

ポリマー1

$\text{R}^6$ は $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{C}_2\text{H}_4-$ 又は $\text{CH}_2=\text{CHC}_6\text{F}_{12}\text{C}_2\text{H}_4-$ であって、その比率は5:5である。

【0043】

【化16】

ポリマー2

$\text{R}^7$ はメチル基又は $\text{CH}_2=\text{CHC}_6\text{F}_{12}\text{C}_2\text{H}_4-$ であって、その比率は3:7である。

【0044】フィラー1

(R8200; 日本アエロジル社製商品名…ケイ素系表面処理剤で処理されたヒュームドシリカ)

フィラー2

(VP-NVX300; 日本アエロジル社製商品名…ケイ素系表面処理剤で処理されたヒュームドシリカ)

フィラー3

(R972; 日本アエロジル社製商品名…ケイ素系表面処理剤で処理されたヒュームドシリカ)

フィラー4

(デンカブラックFX-35; 電気化学工業社製商品名…カーボンブラック)

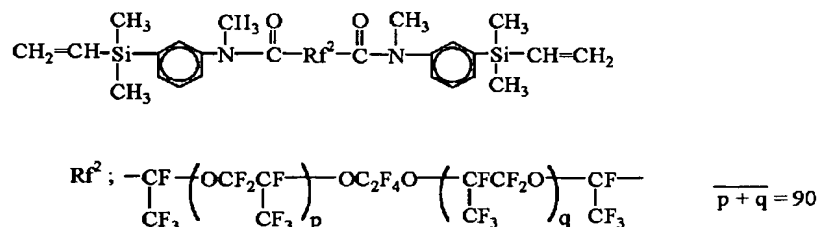
パーオキサイド架橋剤

(パーブチルI; 日本油脂株式会社製商品名…t-ブチルパーオキシソプロピルモノカーボネート)

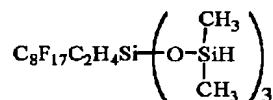
【0045】ポリマー3

下記式で示されるポリマー化合物(粘度4,300cSt、ビニル基量0.013mol/100g)…100部

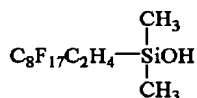
【化17】



下記式で示されるプレキュアー剤… 1. 8 部



表面処理剤

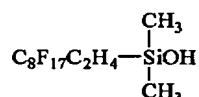


を上記配合比率で仕込み、十分に混合した後、  
ヒドロシリル化触媒CAT-PL-50T（信越化学工業社製商品名）… 0. 2 部

を添加して十分に混合し、室温に3時間放置して得られる生ゴム状のポリマー。

【化18】

表面処理剤



【0046】【実施例1～4】表1に示す成分を使用し、下記に示す工程によりフッ素ゴム組成物を得た。得られた組成物について以下のような評価を行った。結果を表1に示す。

（a）工程（フィラー配合工程）

上記ポリマーを300cc試験用ニーダーに移して温度を170℃に上昇させ、表1に示すような配合にてフィラーを添加した。フィラーの添加終了後、同様の温度にて1時間混練りを継続した。

（b）工程（架橋剤配合工程）

（a）工程で得られたコンパウンドをニーダーから取り出し、ゴム用2本ロールに巻き付け、パーオキサイド架橋剤を配合して硬化可能なフッ素ゴム組成物を得た。このときのロール粘着性でロール作業性を評価した。

【0047】【比較例1, 2】表1に示す成分を使用し、下記に示す工程によりフッ素ゴム組成物を得た。得られた組成物について以下のような評価を行った。結果を表1に示す。

（a）工程（フィラー配合工程）

上記ポリマーを300cc試験用ニーダーに移して温度を170℃に上昇させ、表1に示すような配合にてフィラー及び表面処理剤を添加した。フィラーの添加終了後、同様の温度にて1時間混練りを継続した。

（b）工程（架橋剤配合工程）

（a）工程で得られたコンパウンドをニーダーから取り出し、ゴム用2本ロールに巻き付け、パーオキサイド架橋剤を配合して硬化可能なフッ素ゴム組成物を得た。このときのロール粘着性でロール作業性を評価した。

【0048】【組成物物性評価方法】得られた組成物は、ゴム用75トンプレスにて150℃、10分間の条件で2mm厚のゴムシートを作成した後に、200℃、4時間のポストキュアーを行ったものをJISゴム評価方法に従い、物性測定を行った。

【ロール作業性評価方法】

3インチゴム用2本ロールに200gの材料を用いて、ロール混練作業を20分間継続したときのロール作業性を評価した。

◎：ロールへの粘着がなく良好なロール作業性

○：ロールへの粘着が多少感じられるが、ロールの回転を止めずに作業できる

△：練り時間と共に粘着力が増すが、ロールの回転を止めていれば引き剥すことができる

×：練り時間と共に粘着力が増して、ロールの回転を止めても材料の取り出しが困難

【0049】

【表1】



		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2
成分 (部)	ボリマー 1	100	100				
	ボリマー 2			100	100		
	ボリマー 3					100	100
	フィラー 1	40					
	フィラー 2		30		25	30	30
	フィラー 3			50			
	フィラー 4				10		
	表面処理剤					6	
物性	バネサイト*架橋剤	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
	硬度(Shore-A)	68	68	72	74	65	68
	伸び率(%)	250	240	200	210	220	190
	引っ張り強度(MPa)	9.3	10.3	8.6	9.8	7.4	6.8
	引き裂き強度(kN/m)	15	17	12	15	15	13
	ロール作業性	◎	◎	◎	◎	○	×

【0050】実施例の組成物は、表面処理剤を添加しなくても、ロール作業性が飛躍的に向上しており、硬化後の物性も良好である。これに対して、比較例の組成物は、表面処理剤を添加すればロール作業性は特に問題ないレベルだが、表面処理剤なしではロール作業性が困難であった。

#### 【0051】

【発明の効果】本発明の組成物は、ロール作業性が向上し、また練り後の粘度変化も少ないことから、成型品を量産するには効率がよく、複雑な形状の成型品も安定に製造でき、量産性に優れるため工業的な利用価値が大きい。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup> 識別記号 F I テーマコード(参考)  
F 1 6 J 15/10 F 1 6 J 15/10 Y 4 J 0 3 5  
F 1 6 L 11/06 F 1 6 L 11/06  
// C 0 8 G 77/60 C 0 8 G 77/60 65/32

(72)発明者 大澤 康久 F ターム(参考) 3H111 AA02 BA12 BA13 BA34 CB02  
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 CB14 DA11 DB19  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料 3J040 BA02 EA16 FA06 HA02 HA06  
技術研究所内 4F071 AA51X AA65X AA76 AB26  
(72)発明者 小池 則之 AC08 AE02 AE17 AF02 AF45  
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 AF46 AG05 AH07 AH12 BB03  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料 4J002 CP181 DA036 DE096 DE116  
技術研究所内 DE136 DE236 DJ016 DL006  
(72)発明者 坂野 安則 EK017 EK037 EK047 EK057  
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 EK087 FA046 FB096 FD016  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料 FD147 GJ00 GN00 GQ00  
技術研究所内 4J005 AA04 BA00 BD05 BD08  
4J035 GA01 GA06 GA08 HA03 JA02  
LA04 LB03